

## ОБ ОПЫТЕ ЭКСПЛУАТАЦИИ ТЕРМОГРАВИМЕТРИЧЕСКИХ АНАЛИЗАТОРОВ LECO НА УЭХК

О.В.Светличный

Уральский электрохимический комбинат  
624130, Новоуральск Свердловской области, Дзержинского, 2

Поступила в редакцию 18 февраля 2002 г.

Описан многолетний опыт применения термогравиметрических анализаторов TGA-501 и TGA-601 для контроля технологического процесса в производстве автомобильных катализаторов. Семилетняя эксплуатация показала высокие производительность и надежность анализаторов, а также подтвердила заявленные фирмой LECO метрологические характеристики оборудования.

Изменение экономической и экологической ситуации в стране, развитие конверсионных программ на предприятиях военно-промышленного

комплекса, а также накопленный опыт в производстве катализаторов для космических целей позволили в 1994 г. организовать на УЭХК серийное производство автомобильных катализаторов для нейтрализации выхлопных газов автомобилей.

Сегодня завод автомобильных катализаторов УЭХК – единственный среди российских предприятий в области производства автомобильных катализаторов с возможностью выпуска до двух миллионов штук в год. Завод использует новейшие мировые технологии, а также собственные разработки. За работы по созданию отечественного катализатора, обеспечивающего конкурентоспособность, мировой технический уровень и надежность выпускаемых автомобилей, АО «АвтоВАЗ» присудил УЭХК специальный диплом. Автомобили ВАЗ с катализаторами УЭХК сертифицированы международной компанией ЮТАК (Франция) на соответствие нормам токсичности выхлопных газов Евро II и Евро III. В настоящее время ведутся работы по подготовке к сертифи-

**Светличный Олег Викторович – руководитель группы физико-химических методов контроля завода автомобильных катализаторов Уральского электрохимического комбината (УЭХК).**

кации нашей продукции в составе автомобилей Горьковского автозавода.

В конце 2001 г. в результате многолетней работы всего коллектива по

созданию и совершенствованию системы качества производством получен Сертификат соответствия требованиям стандартов международной системы качества QS-9000.

Российский завод был построен за два года. Вместе со строительством технологических участков (участок приготовления драгметаллических растворов, участок приготовления суспензий, линия нанесения покрытий и др.) проводилось оснащение аналитическим и испытательным оборудованием лаборатории по контролю производства. Для знакомства с опытом работы аналитических лабораторий аналогичных производств наши специалисты побывали на нескольких лучших катализаторных заводах США и Германии. И везде для контроля производственных процессов применялись анализаторы LECO, так что сомнений в том, какое оборудование приобрести, у нас не возникло.

Термогравиметрические анализаторы LECO применяются на катализаторном производстве



для входного анализа сырьевых порошковых материалов, суспензий на всех стадиях технологических переделов, возвратных материалов (измельченный брак, промывные воды, осадки с фильтров и т.д.) на содержание твердого вещества (Solids, %). Содержание твердого вещества рассчитывается анализатором по формуле:

$$\text{Solids, \%} = 100 \% - \text{LOI},$$

где LOI (Loss off Ignition), % - потеря веса при нагревании образца. В основном мы определяем LOI при прокаливании образцов до температуры 950 °C в атмосфере азота.

Весь технологический процесс, все расчеты по загрузке сырьевых материалов, по навескам суспензий при нанесении на блоки, по количеству драгметаллов в суспензиях и возвратных материалах проводятся на основе результатов по содержанию твердого вещества. Любой количественный химический анализ на производстве начинается с определения содержания твердого вещества, поэтому потребность в анализе данного вида для нашего производства трудно переоценить. Только в течение 2001 г. мы проанализировали 2457 образцов для производства. В любое время суток (у нас круглосуточное производство), нам могут поступить одновременно до 5 образцов на анализ этого вида. Лаборант отбирает по три навески для каждого образца и, как правило, уже через час - полтора часа выдает производству бланк анализа.

Все вышесказанное предъявляет особые требования к «скорострельности» и надежности анализаторов, к точности полученных результатов. Как нельзя лучше для этой цели подходят термогравиметрические анализаторы LECO.

В 1993 г., когда ещё не было представительства LECO на Урале, весь комплект лабораторного оборудования, в том числе и анализатор TGA-501 в комплектации SFLC (одна печь - большие тигли), был закуплен нами через посредническую фирму в Германии. Сейчас эта модель уже снята с производства, фирма заменила ее моделью TGA-601. Мы перевели на русский язык всю сопроводительную документацию, осуществили собственными силами установку анализатора и обучение персонала работе на приборе.

Мы имеем большое количество аналитического оборудования от самых разных фирм. Благодаря наличию квалифицированных ремонтных служб большую часть оборудования обслуживаем сами. В настоящее время лишь немногие фирмы, и LECO в их числе, поставляют приборы с полным комплектом чертежей и электрических

схем, что позволяет разобраться в неисправности, заказать необходимую деталь и, при возможности, отремонтировать оборудование собственными силами. Кстати, до нашего запроса на покупку запасных частей и расходных материалов в апреле 1999 г. представительство LECO на Урале не знало о существовании нашего анализатора.

Конечно, за годы эксплуатации не обходилось без неполадок, но, в основном, это были замены «физически уставших» деталей:

- газоподводящие трубки – состарился PTFE-материал трубок;

- термопары – «сгорали» при использовании высоких температур примерно раз в полтора года;

- вентиляционные шланги, выносной блок вентиляторов печи, встроенный вентилятор крышки – вышли из строя под воздействием агрессивных сред и высоких температур;

- драйвер стола с тиглями – под воздействием циклических температурных и весовых нагрузок откололся сектор специальной, устойчивой к воздействию высоких температур, керамики;

- пьедестал весов – сломали лаборанты при неосторожном обращении;

- тигли с крышками – расходный материал, «живут» в наших условиях примерно год, требуют периодической химической чистки.

Ни одна электрическая схема, ни сами нагревательные элементы печи, ни блок электронных весов, ни встроенный компьютер не разу не дали сбоев при весьма интенсивном использовании.

Естественно, согласно требованиям системы качества QS-9000 мы фиксируем в электронной и бумажной форме все операции по ремонту и обслуживанию лабораторного оборудования, что позволяет нам анализировать и прогнозировать ситуации с неисправностями приборов. Можем с полной ответственностью сказать, что анализатор TGA-501 проявил себя как чрезвычайно надежный и относительно простой в ремонте и настройках прибор.

Сегодня, с развитием метрологической грамотности аналитиков на производствах мы не допустили бы той ошибки, которую совершили восемь лет назад, купив анализатор TGA-501 без сертификации типа средства измерения (СИ) в Госстандарте России. Поэтому нам пришлось потратить свои силы и средства, чтобы допустить анализатор к использованию в качестве единичного СИ на нашем предприятии, разработать и утвердить под наши нужды собственную методику поверки, провести испытания с целью установления метрологических характеристик и первичной поверки СИ.

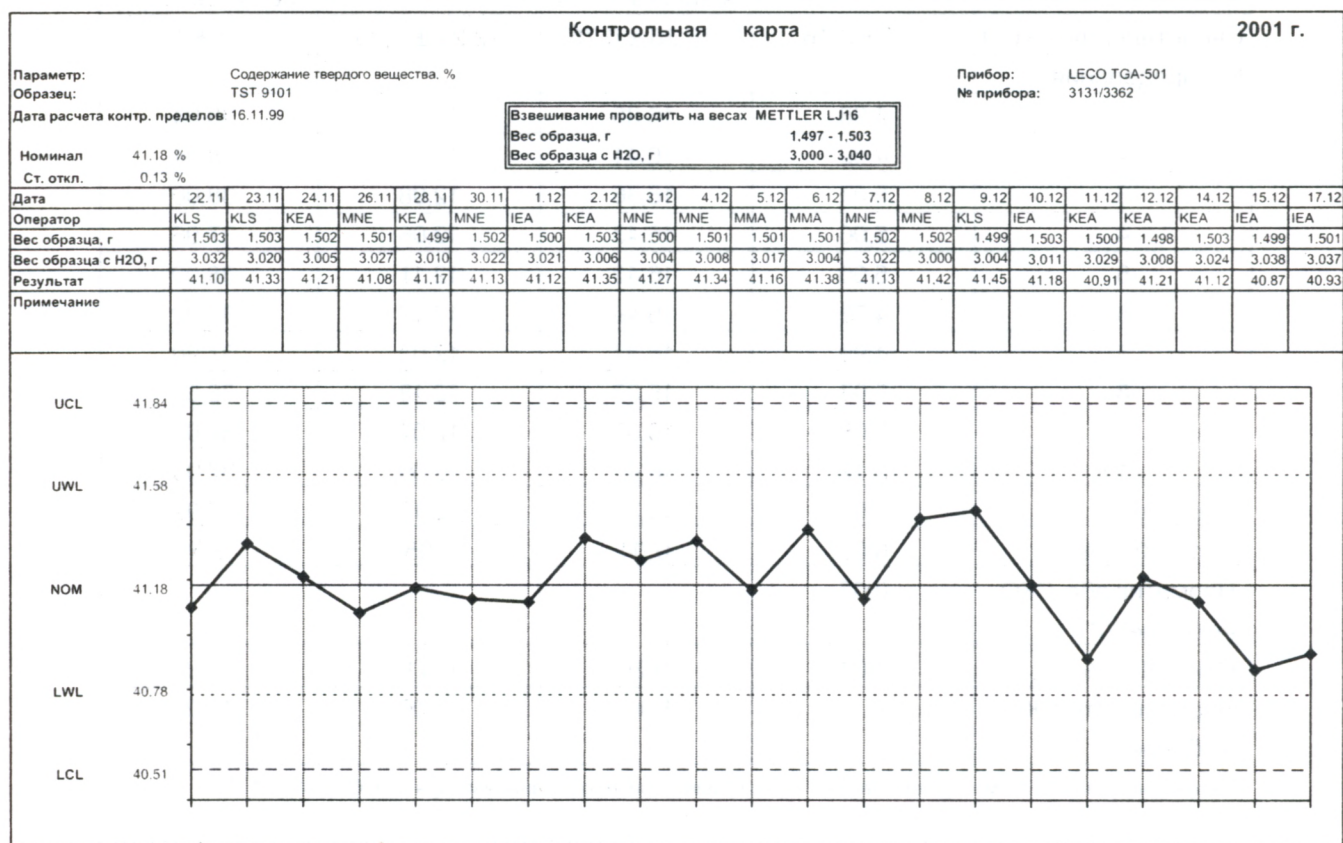


Нередко бывает, что лаборатории по контролю производства, особенно на стадии постановки анализа, испытывают недоверие со стороны производства к полученным результатам. Так было и с TGA-501. Решить проблему помогло введение **ежедневного** контроля стабильности (воспроизводимости) работы измерительной системы «прибор – оператор». Такой контроль вместе с поверкой прибора, проводимой 1 раз в год по стандартным образцам, очень эффективно позволяет выявить, анализировать и предупреждать причины изменчивости измерительной системы. К тому же, при анализе стабильности системы не

требуются стандартные образцы, можно использовать рабочие образцы из производства.

Согласно требованиям системы качества QS-9000 по анализу измерительных систем (MSA - Measurement Systems Analysis) и статистическому управлению измерительным процессом (SPC - Statistical Process Control) для контроля стабильности работы основного аналитического оборудования у нас в лаборатории применяются контрольные карты Шухарта.

Пример такой контрольной карты для анализатора TGA-501, заполненной в период с 22.11.2001 г. по 17.12.2001 г., приведен на рисунке.



Контрольная карта анализатора LECO TGA-501

Для контроля мы используем порошок из производства, высушенной до постоянства веса суспензии. Храним его в таре с двойной притертой крышкой. Ежедневно лаборант в начале дневной смены приготавливает из этого образца и воды суспензию и анализирует ее по заданной анализатором программе. Результат должен находиться внутри заранее рассчитанных пределов. Естественно, существует документ, описывающий, что необходимо предпринять при выходе результата за верхний и нижний предупреждающие пределы (UWL – Upper Warning Limit, LWL – Lower Warning Limit) или верхний и нижний конт-

рольные пределы (UCL – Upper Control Limit, LCL – Lower Control Limit).

В 2001 г. этот контрольный образец был проанализирован на TGA-501 разными лаборантами 258 раз и относительное среднее квадратическое отклонение (СКО) результата измерения составило 0,2 %, что доказывает высокую воспроизводимость измерительной системы.

В 2001 г. наше предприятие приобрело второй комплект основного аналитического оборудования, которое по принципу «горячего резервирования» позволяет бесперебойно обеспечивать производство требуемыми анализами. В составе этого



комплекта уже через ЛЕКО-Центр на Урале мы приобрели TGA-601 в комплектации CLPC (большие тигли – внешний персональный компьютер).

По своим техническим характеристикам он аналогичен TGA-501, однако внешний компьютер с программным обеспечением под MS Windows™ позволяет гораздо более удобно и гибко оперировать прибором, обрабатывать и хранить огромный объем данных, формировать большое количество аналитических методов, наблю-

дать в реальном масштабе времени процессы, происходящие с образцами, контролировать до 4 печей одновременно. Естественно, прибор сертифицирован Госстандартом России, имеет сервисную поддержку, вся документация переведена на русский язык.

В таблице приведены результаты, полученные нами при инсталляции и запуске прибора на стандартных образцах угля фирмы LECO: CO 501-433 и CO 501-531.

Параметр	CO 501-531		CO 501-433	
	Зольность A <sup>d</sup> , %	Выход летучих веществ V <sup>d</sup> , %	Зольность A <sup>d</sup> , %	Выход летучих веществ V <sup>d</sup> , %
Свидетельство на СО	5,07 ± 0,16	16,38 ± 0,76	12,22 ± 0,25	38,04 ± 1,12
№ определения				
1	4,98	16,35	12,10	38,04
2	4,99	16,41	12,15	38,04
3	5,07	16,36	12,08	38,00
4	5,06	16,43	12,06	37,96
5	5,00	16,42	12,11	38,00
6	4,96	16,46	12,17	37,92
7	4,99	16,37	12,03	37,90
8	5,03	16,32	12,18	38,05
9	5,08	16,38	12,07	38,06
10	5,12	16,4	12,09	37,96
Среднее	5,03	16,39	12,10	37,99
Абс. СКО, %	0,05	0,04	0,05	0,06
Норматив абс. СКО, не более %*	0,07	-	-	-
Отн. СКО, %	1,04	0,26	0,41	0,15
Норматив отн. СКО, не более %*	-	1,00	10,00	1,00

\* - нормативы взяты из методики поверки термогравиметрического анализатора LECO TGA-601.

Полученные результаты вселяют уверенность в том, что TGA-601, как и TGA-501, обеспечит на нашем предприятии требуемую точность и вос-

производительность результатов анализов при высокой производительности работ.

\* \* \* \* \*

#### THE EXPERIENCE OF OPERATION OF LECO'S THERMOGRAVIMETRIC ANALYZERS IN UECHP O.V.Svetlichny

*The experience of many years in the usage of TGA-501 and TGA-601 thermogravimetric analysers to control technologic process of car catalysts production has been described. Seven year operation has shown high capacity and reliability as well as proved metrologic features of LECO's equipment.*